



中华人民共和国国家标准

GB/T 11886—2015
代替 GB/T 11886—2001

银合金首饰 银含量的测定 伏尔哈特法

Silver jewellery alloys—Determination of silver—Volhard method

2015-06-02 发布

2016-01-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 11886—2001《首饰含银量化学分析方法》。

本标准与 GB/T 11886—2001 相比,主要技术变化如下:

- 标准名称和结构按照 GB/T 1.1—2009 的要求进行修改。
- 标准编写按照 GB/T 1.1—2009 和 GB/T 20001.4—2001 的要求进行修改。
- 本标准的适用范围由“80.0%~99.5%”调整为“700‰~995‰”,且适用范围和计算结果的表示方式修改为千分数,与 GB 11887《首饰 贵金属纯度的规定及命名方法》表示方法保持一致。
- 将硫氰酸钾标准溶液的标定从第 4 章调整到第 6 章,使标准结构更加清晰合理。
- 修改了第 7 章结果的表示方法,并增加了“计算结果保留到个位”的要求。
- 增加了第 8 章实验报告的内容及要求。

本标准由中国轻工业联合会提出。

本标准由全国首饰标准化技术委员会(SAC/TC 256)归口。

本标准起草单位:国家首饰质量监督检验中心、北京市首饰质量监督检验站。

本标准主要起草人:李玉鹍、李素青、王金龙、赵鹏超、刘宇丰、王健、张代、张红艳。

本标准所替代标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 11886—1989,GB/T 11886—2001。

银合金首饰 银含量的测定

伏尔哈特法

1 范围

本标准规定了采用伏尔哈特法测定银合金首饰中的银含量。

本标准适用于银含量 700‰~995‰的银合金首饰,滴定终点不易判断时,建议采用 GB/T 17832 或 GB/T 18996 测定

注:当样品银含量超出本标准适用范围时,建议采用 GB/T 17832 或 GB/T 18996 进行测试。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 17832 银合金首饰中含银量的测定 溴化钾容量法(电位滴定法)

GB/T 18996 银合金首饰中含银量的测定 氯化钠或氯化钾容量法(电位滴定法)

3 方法原理

样品用硝酸溶解,以硫酸铁铵为指示剂,用硫氰酸钾标准溶液进行滴定。硫氰酸根首先与溶液中的银离子反应生成难溶的硫氰酸银白色沉淀,当银离子沉淀完全后,过量一滴的硫氰酸根与三价铁离子反应生成红色的硫氰酸铁络合物,即为终点。

4 试剂材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

4.1 硝酸,质量分数为 65%, $\rho=1.40$ g/mL,不含氯离子。

4.2 硫酸,质量分数为 98%, $\rho=1.84$ g/mL,不含氯离子。

4.3 硝酸(1+2)。

4.4 混合酸,硝酸(4.1)+硫酸(4.2)= 5+1。

4.5 硫氰酸钾标准滴定溶液,用药物天平(5.3)称取硫氰酸钾 45.5 g,置于 250 mL 烧杯中,加入适量蒸馏水溶解后转移到 5L 试剂瓶中,再加蒸馏水稀释至 5 L,充分摇匀,静置 3 天。

4.6 硫酸铁铵指示剂,用药物天平(5.3)称取硫酸铁铵 5.0 g,置于 250 mL 烧杯中,加入适量蒸馏水,使其成为饱和溶液。然后滴加硝酸至褐色消失,用蒸馏水稀释至 50 mL,摇匀。

4.7 标准银,纯度在 999.9‰以上。

5 仪器设备

常用实验室仪器和

5.1 电子天平,感量为 0.01 mg,精度等级为三级。

5.2 50 mL 酸式滴定管,最小刻度为 0.1 mL。

5.3 药物天平,感量为 0.5 g。

6 分析步骤

6.1 硫氰酸钾标准溶液的标定

6.1.1 标准银的准备

至少称取 0.3 g~0.5 g 标准银(4.7)三份,精确至 0.000 1 g。分别置于 250 mL 的锥形瓶中,加入硝酸(4.3)10 mL 于电炉上低温加热,使其全部溶解至氮氧化物黄烟消失,取下加入蒸馏水 50 mL,冷却待用。

6.1.2 标准银溶液的滴定

在标准银溶液中滴加硫酸铁铵指示剂(4.6)1 mL~2 mL,摇匀后用滴定管(5.2)连续滴入待标定的硫氰酸钾标准溶液(4.5),使标准银溶液中大约有 95%的银产生沉淀,再逐滴继续滴定溶液中剩余的银,至溶液呈淡红色为滴定终点。记下消耗硫氰酸钾标准溶液的体积 V_1 。

注:平行标样消耗硫氰酸钾标准溶液体积之差不大于 0.05 mL。

6.1.3 硫氰酸钾标准溶液滴定度的计算

硫氰酸钾标准溶液的滴定度用 T 表示,按式(1)计算:

$$T = \frac{m_1 \cdot E}{V_1} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

T ——硫氰酸钾标准溶液的滴定度,单位为克每毫升(g/mL);

m_1 ——标准银的质量,单位为克(g);

E ——标准银的纯度。

V_1 ——到达滴定终点时标准银溶液消耗硫氰酸钾标准溶液的体积,单位为毫升(mL)。

结果保留四位有效数字。

6.2 测试

6.2.1 样品溶液的准备

至少称取 0.3 g~0.5 g 试样三份,精确至 0.000 1 g,分别置于 250 mL 锥形瓶中,加入硝酸(4.3)10 mL,置于电炉上低温加热,使试样完全溶解至氮氧化物黄烟消失。当样品中含有锡时,需加入混合酸(4.4)溶解。取下加入蒸馏水 50 mL,冷却待用。

6.2.2 样品溶液的滴定

用滴管在样品溶液中滴加硫酸铁铵指示剂(4.6)1 mL~2 mL,摇匀后用滴定管(5.2)连续滴入待标定的硫氰酸钾标准溶液(4.5),使样品溶液中大约有 95%的银产生沉淀,再逐滴继续滴定溶液中剩余的银,至溶液呈淡红色为滴定终点。记下样品溶液消耗硫氰酸钾标准溶液的体积 V_2 。

7 结果的表示

7.1 计算方法

试样的银含量 W_{Ag} 按式(2)计算,以千分数来表示:

$$W_{Ag}(\text{‰}) = \frac{T \cdot V_2}{m_2} \times 1\,000 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

T ——硫氰酸钾标准溶液的滴定度,单位为克每毫升(g/mL);

V_2 ——到达滴定终点时样品溶液消耗硫氰酸钾标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

m_2 ——试样的质量,单位为克(g)。

计算结果保留到个位。

7.2 重复性限

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值小于或等于 2‰ 的概率为 95%。

7.3 再现性限

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值小于或等于 2‰ 的概率为 95%。

8 试验报告

试验报告应包括以下信息:

- 样品的识别:包括来源、接样日期和样品状态描述;
 - 使用的标准(包括发布或出版年号);
 - 使用的方法;
 - 样品中银含量的千分值,包括单个样品的值和平均值,按第 7 章的规定计算;
 - 如果必要,应有此标准方法规定的分析步骤的差异;
 - 测试过程中任何异常情况的记录;
 - 测试日期;
 - 完成分析的实验室签章;
 - 试验室负责人及操作人员签名。
-

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
银合金首饰 银含量的测定
伏尔哈特法

GB/T 11886—2015

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238

读者服务部:(010)68523946

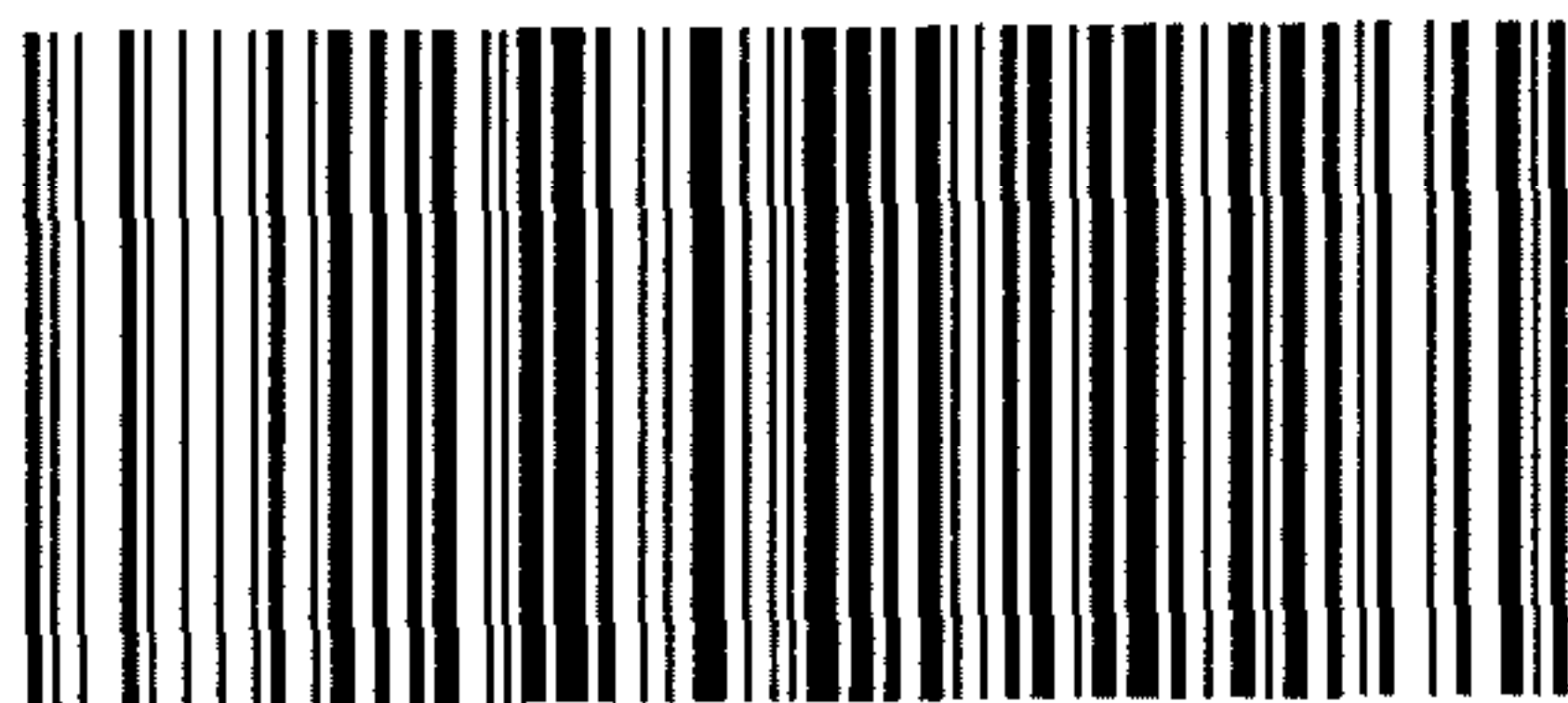
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 8 千字
2015年6月第一版 2015年6月第一次印刷

*

书号: 155066·1-51925 5



GB/T 11886-2015

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107